



# ITAK

## PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ROCHA E CONCENTRADO FOSFÁTICO 2024

Ensaio de Proficiência  
ABNT NBR  
ISO/IEC 17043



PEP 0021

## OBJETIVO

O ITAK – Instituto de Tecnologia August Kekulé Ltda é um provedor de Ensaio de Proficiência acreditado pela Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (Cgcre), na norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 para os seguintes EP's: Minério de Ferro, Minério de Ouro, Minério e Concentrado de Cobre, Minério de Níquel, Análise de Prata, Liga de Ferro Nióbio, Bauxita, Rocha Fosfática e Concentrado Fosfático, e tem como objetivo proporcionar aos seus clientes a prática da melhoria contínua do seu desempenho na realização de análises químicas em diversas partes do mundo.

Dando continuidade a esse trabalho, o **ITAK** promoverá em **2024**, quatro rodadas do **Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Rocha Fosfática e Concentrado Fosfático**, e convida as empresas deste segmento para integrar o grupo de participantes com a finalidade de avaliar a proficiência de seus laboratórios.

## BENEFÍCIOS DA PARTICIPAÇÃO

Além de representar uma ferramenta de avaliação imparcial do desempenho do laboratório, a participação em programas de ensaio de proficiência proporciona vários benefícios, tais como:

- ✓ Aderência a um dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 para empresas que buscam ou já possuem a Acreditação nesta ou em outra norma de Qualidade;
- ✓ Aumento da confiabilidade metrológica dos resultados obtidos pelo laboratório a partir dos seus níveis de precisão e exatidão;
- ✓ Comparação com outros laboratórios do ramo e levantamento de oportunidades de melhoria para elevar o patamar de desempenho (Benchmarking);
- ✓ Oportunidade de avaliação e comparação de metodologias buscando aquela que melhor se adequa ao nível de exatidão exigido para parâmetros e teores específicos;
- ✓ Conhecimento da natureza dos desvios eventualmente cometidos pelo laboratório (sistemáticos ou aleatórios) direcionando ações na eliminação/minimização dos mesmos;
- ✓ Identificação de necessidades de treinamento de pessoal; e/ou da normalização ou aprimoramento de métodos analíticos.

## CONFIDENCIALIDADE

De acordo com o protocolo de confidencialidade adotado pelo ITAK, os laboratórios são identificados por códigos numéricos específicos, tendo o participante conhecimento e acesso apenas ao seu próprio código, evitando também o conluio entre participantes, o qual em caso de ocorrência ou suspeita de ocorrência, será devidamente investigado e tratado pela equipe de coordenação do Programa.

Os comentários de desempenho descritos nos relatórios finais também são confidenciais e têm como objetivo fornecer informações importantes aos responsáveis pelos laboratórios, para que eles tenham uma avaliação criteriosa dos aspectos de qualidade de suas análises e saibam onde atuar efetivamente para corrigir possíveis desvios.

Os resultados experimentais obtidos pelo Laboratório Participante ou mesmo o seu relatório de desempenho no Ensaio de Proficiência poderão ser divulgados a terceiros com o consentimento do Laboratório Participante, salvo em caso de solicitação por Órgãos Regulamentadores ou pelo Ministério Público, onde não é necessária a autorização do Participante que, entretanto, deverá ser comunicado previamente.

Os laboratórios participantes ficam cientes e de pleno acordo de que os seus resultados reportados poderão ser utilizados pelo ITAK na certificação dos materiais de referência utilizados como itens de ensaio no Ensaio de Proficiência, sendo sempre preservada a confidencialidade dos dados.

## TRATAMENTO ESTATÍSTICO

Caso esse Ensaio de Proficiência utilize modelo estatístico com valores designados e desvios-padrão provenientes de Materiais de Referência, não é necessário que seja estabelecido um número mínimo de participantes.

Se o Ensaio de Proficiência utilizar modelos estatísticos que envolvam valores de consenso dos resultados, faz-se necessário um número mínimo de 6 participantes.

Se o Ensaio de Proficiência utilizar modelos estatísticos que envolvam valores de consenso de participantes especialistas após retirada de resultados outliers, faz-se necessário um número mínimo de 3 participantes para avaliação.

Conforme os resultados apresentados nas avaliações de exatidão, o laboratório participante poderá ser classificado com o desempenho satisfatório, insatisfatório ou questionável para cada parâmetro avaliado. Em caso de insuficiência de dados para avaliação, o relatório trará a informação de que os dados foram insuficientes.

Cada técnica estatística utilizada tem seu uso limitado e condicionado ao número de participantes que reportam resultados numericamente válidos e aprovados na Avaliação e no Tratamento de Outliers.

## ITENS DE ENSAIO, ANÁLISES E PARÂMETROS

Cada rodada do Ensaio de Proficiência será composta por 10 amostras (itens de ensaio) referentes a dois Materiais de Referência de diferentes teores (5 amostras de cada), avaliando-se a análise dos seguintes parâmetros: **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)**, **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)**, **SiO<sub>2</sub> (%)**, **MnO (%)**, **TiO<sub>2</sub> (%)**, **P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%)**, **CaO (%)**, **MgO (%)**, **K<sub>2</sub>O (%)**, **BaO (%)**, **SrO (%)**, **Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%)**, **C (%)**, **S (%)** e **PF (Perda ao Fogo) (%)**.

As amostras utilizadas no Programa de Ensaio de Proficiência são Materiais de Referência (MR's) com a devida homogeneidade e estabilidade comprovadas. Os MR's são produzidos pelo ITAK em conformidade com o Sistema de Gestão da Qualidade certificado ABNT NBR ISO 9001 e protocolos de qualidade ISO (Série ISO Guia 30 a 35) e ABNT NBR ISO 17034 - Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.

Ao laboratório participante é solicitada a realização de 1 (uma) determinação independente em cada amostra, preferencialmente em 05 (cinco) dias diferentes, analisando um par por dia, empregando um ou mais métodos analíticos validados. Os métodos utilizados deverão ser informados juntamente com os resultados. As amostras deverão ser analisadas como amostras comuns de rotina do Laboratório, sem nenhum tratamento especial.

Para cada rodada, o ITAK enviará 10 (dez) sachês contendo **10 g** cada, sendo 5 sachês com amostras do primeiro Material de Referência e 5 sachês do segundo Material de Referência.

As amostras serão enviadas pelo **ITAK** a partir da cidade de João Monlevade/MG, sob orientação do Laboratório Participante, utilizando meios de transporte adequados e viáveis. Em caso de perda ou dano a algum item de ensaio, o **ITAK** avaliará a possibilidade de reposição do mesmo, o que dependerá do meio de transporte e prazo de entrega, de modo a não comprometer o cronograma do Programa.

É de responsabilidade do participante o acompanhamento e a retirada de amostras nos Correios ou transportador quando isso se fizer necessário. Caso as amostras sejam devolvidas por informação de endereço incorreto ou não retirada nos Correios/transportador, o ITAK avaliará possibilidade de reenvio.

Junto às amostras seguirão também instruções orientando o Laboratório Participante quanto à forma de tratamento das amostras, realização das análises e reporte dos resultados analíticos.

Todas as comunicações referentes aos EP's, tais como rastreio de amostras, instruções, reporte de resultados, relatórios e certificados de participação, serão realizadas por meio do software desenvolvido pelo ITAK e disponibilizado na plataforma [www.itak.com.br/app](http://www.itak.com.br/app) para os participantes confirmados.

Os participantes do EP ITAK devem reportar, além de seus resultados de ensaio e metodologias, também as incertezas de medição de cada parâmetro analisado (quando disponível), a qual deve ser a Incerteza Padrão Combinada, sem a aplicação de nenhum fator de abrangência, o que a tornaria Incerteza Expandida. Tais dados devem ser informados em campos específicos no Sistema de Gerenciamento de PEPs do ITAK.

Resultados analíticos numericamente inválidos tais como “menor que” ou “zero”, não serão avaliados estatisticamente. Portanto, nessas situações, o ITAK não fará a avaliação de desempenho do participante.

## MÉTODOS ANALÍTICOS

O Laboratório Participante do **Ensaio de Proficiência em Análises de Rocha Fosfática e Concentrado Fosfático** deve utilizar seu procedimento de rotina na análise dos parâmetros solicitados.

Os métodos analíticos sugeridos pelo ITAK são apresentados a seguir, entretanto o laboratório participante pode utilizar métodos alternativos desde que os mesmos sejam devidamente validados.

- ✓ **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, TiO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO, MgO, MnO, K<sub>2</sub>O, BaO, SrO, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**: Método de fusão e determinação por Espectrometria de Fluorescência de Raios X ou fusão e determinação por Espectrometria de Absorção Atômica e/ou Espectrometria de Emissão Óptica (ICP);
- ✓ **C, S**: Método da combustão direta e determinação por Analisador de Infravermelho (Leco);
- ✓ **Perda ao Fogo (PF ou Perda Por Calcinação)**: Método gravimétrico.

As metodologias utilizadas deverão ser informadas seguindo, sempre que possível, o padrão “Técnica de Digestão / Instrumento de Leitura”, utilizando códigos simplificados conforme exemplos a seguir:

- Fusão com Meta ou Tetraborato de Lítio e Fluorescência de Raios X: **FUS-XRF**;
- Combustão e Infravermelho (Leco): **COMB-IR**;
- Digestão com 4 ácidos (HF, HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub>, HCl) e ICP-Plasma: **DIG4AC-ICP**;
- Fusão Alcalina e ICP-Plasma: **FUSALK-ICP**;
- Digestão com 4 ácidos (HF, HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub>, HCl) e Gravimetria: **DIG4AC-GRA**;
- Gravimetria: **GRA**;

- Analisador Termogravimétrico: **TGA**;

## **CRONOGRAMA PARA AS RODADAS DE 2024**

O cronograma proposto para o ano de 2024 está apresentado no quadro abaixo, porém, poderá ser ajustado de acordo com as necessidades. O cronograma oficial deve ser acompanhado por meio do Sistema de Gerenciamento de PEP's e/ou comunicações sobre as rodadas.

<b>Etapas do Programa</b>	<b>1ª Rodada 2024 (23ª Rodada)</b>	<b>2ª Rodada 2024 (24ª Rodada)</b>	<b>3ª Rodada 2024 (25ª Rodada)</b>	<b>4ª Rodada 2024 (26ª Rodada)</b>
1- Envio de convites aos laboratórios proponentes.	15/12/2023	--	--	--
2- Confirmação dos laboratórios participantes.	08/03	--	--	--
3- Distribuição/expedição das amostras.	08/03	12/04	10/06	09/08
4- Recebimento das amostras pelos participantes.	22/03	24/04	24/06	23/08
5- Conclusão das análises e emissão dos resultados ao ITAK.	<b>19/04</b>	<b>24/05</b>	<b>26/07</b>	<b>30/09</b>
6- Confecção e entrega do Relatório de Desempenho aos participantes.	03/05	10/06	09/08	11/10

Atenção especial deve ser dispensada para as datas em negrito (item 5), a fim de evitar atrasos na emissão dos resultados, o que pode comprometer as rodadas subsequentes do programa. Na iminência de ocorrerem atrasos, a Coordenação do Programa deverá ser contatada para avaliar a possibilidade de prorrogação do prazo sem comprometimento do cronograma ou prejuízo para os demais participantes. Caso ocorram atrasos injustificados, o ITAK poderá fechar a rodada sem os resultados do(s) participante(s) em atraso.

A cada rodada, serão enviadas juntamente com as amostras Instruções contendo orientações de como o laboratório deverá proceder para realização das análises e informações específicas sobre as amostras tais como faixas de teores esperados para o(s) analito(s).

## **CRITÉRIOS A SEREM ATENDIDOS PARA A PARTICIPAÇÃO**

O Laboratório interessado em participar do **Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Rocha Fosfática e Concentrado Fosfático - ITAK – 2024** deverá ser uma organização legalmente responsável, possuir capacidade técnica e equipamentos para realização das análises químicas do seu escopo, cadastrar-se por meio do link [www.itak.com.br/app](http://www.itak.com.br/app), enviar o pedido de participação para o EP desejado e confirmar sua participação até o prazo informado no cronograma.

## RELATÓRIO DE DESEMPENHO

A cada rodada do **Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Rocha Fosfática e Concentrado Fosfático ITAK – 2024**, o ITAK emitirá um Relatório de Avaliação de Desempenho Interlaboratorial personalizado no formato PDF e sob confidencialidade de identificação, para a avaliação interna do Laboratório Participante e identificação de oportunidades de melhoria.

O Relatório de Avaliação de Desempenho está estruturado de acordo com os requisitos aplicáveis da ABNT NBR ISO/IEC 17043.

Caso o participante desejar receber o relatório de outra unidade de um mesmo grupo empresarial, deverá solicitar diretamente ao responsável por aquela unidade, ou mediante autorização formal do responsável enviada ao ITAK.

Conforme mencionado no item Confidencialidade, em caso de solicitação por Órgãos Regulamentadores (Polícia Federal, Inmetro, Anvisa, etc) ou pelo Ministério Público, o ITAK poderá disponibilizar o relatório de desempenho do Participante, em parte ou na íntegra, sem sua prévia autorização, sendo o mesmo apenas comunicado formalmente.

Em caso de necessidade, o ITAK poderá gerar correções ou emendas em relatórios de PEP's desde que tais correções não exijam novo tratamento estatístico dos dados. Toda retificação gera nova versão e nova numeração do relatório que substituirá a versão anterior quando publicada e comunicada. Não são emitidos relatórios preliminares para esse Ensaio de Proficiência.

Na impossibilidade de entrega do relatório de desempenho na data prevista no cronograma, os participantes serão prontamente comunicados sobre o possível atraso e sobre a nova data prevista para entrega.

O Relatório de Avaliação de Desempenho Interlaboratorial do **ITAK** é aceito como requisito da norma **ISO 17025**.

## APELAÇÃO

É resguardado ao participante dos Ensaio de Proficiência do ITAK o direito de apelação quanto à avaliação do seu desempenho fornecida neste Relatório Técnico.

Para tal, convém que o representante do laboratório participante que tenha dúvidas ou discorde da avaliação de desempenho registre sua apelação no campo “Apelações” no Sistema de Gerenciamento de PEP's.

Atendendo a um requisito da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência, o ITAK mantém um procedimento documentado que rege toda a sistemática incluindo prazos para apelação, análise pelo ITAK e resposta ao participante.

## INVESTIMENTO

Solicite-nos uma proposta por meio do e-mail [interlab@itak.com.br](mailto:interlab@itak.com.br)

**Promoção Especial:** O ITAK possui uma política de descontos atrativa para participação de várias unidades pertencentes a um mesmo grupo econômico, descontos para participação dos laboratórios em mais de um EP, descontos para compra de MRC utilizados como itens de ensaio nos EP's, descontos para compra de MRC fabricado no regime de benefício do EP. Saiba mais entrando em contato pelo e-mail: [interlab@itak.com.br](mailto:interlab@itak.com.br)

Todas as taxas de desembaraço alfandegário ou taxas de retirada de amostras conforme regulamentação específica do local/país são de responsabilidade do participante.

## ATIVIDADES SUBCONTRATADAS

Para o EP em análise de Rocha e Concentrado Fosfáticos, poderão ser subcontratadas, de laboratórios competentes, as análises referentes aos Testes de Homogeneidade dos MR's utilizados como itens de ensaio.

Esses laboratórios são devidamente avaliados e qualificados no Sistema de Gestão Integrada do ITAK para a realização destas análises fornecendo resultados com os quais, após tratamento estatístico apropriado, são obtidos os valores designados, desvios-padrão e estimativas de incertezas utilizados no Ensaio de Proficiência.

## EQUIPE DE COORDENAÇÃO

Bráulio de Freitas Pessoa - Diretor Técnico - CRQ: 02202408

Contatos: email: [interlab@itak.com.br](mailto:interlab@itak.com.br)

Telefone: +55 31 3851 3166

WhatsApp: +55 31 99955 1502